

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re application of:

Manfred Hesiler et al.

Serial No.: 10/802,455

Filed: March 17, 2004

Group Art Unit: 1797

Examiner: David L. Sorkin

For: **PROCESS FOR THE CONTINUOUS PREPARATION OF  
HIGH-VISCOSITY SILICONE COMPOSITIONS**

Attorney Docket No.: WAS 0627 PUS

**Statement of Accuracy Under Rule 69(b)**

Commissioner for Patents  
U.S. Patent & Trademark Office  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

I, William G. Conger, do hereby state that pursuant to 37 C.F.R. § 1.69(b), the translations, shown in Exhibit I, provided to the redated copies of pages 4 and 5 of the invention disclosure as referenced in paragraph 3 of the Rule 131 Declaration dated May 8, 2009, are accurate.

Respectfully submitted,

**Manfred Heisler et al.**

By 

William G. Conger  
Reg. No. 31,209  
Attorney for Applicant

Date: Nov. 5, 2009

**BROOKS KUSHMAN P.C.**  
1000 Town Center, 22nd Floor  
Southfield, MI 48075-1238  
Phone: 248-358-4400; Fax: 248-358-3351

# **EXHIBIT I**

**1. Stufe: "Conterna", 6 Kammern je 101 Volumen,  
Gesamtdurchsatz 200kg/h**

**1. Step: Conterna, 6 chambers of 10 liter volume,  
throughput 200 kg/h**

In die Kammer 1 wird das Polymer eindosiert (120kg/h), zudem der Weichmacher (20kg/h), in die Kammer 2 der Füllstoff (60kg/h). Der Gesamtdurchsatz betrug folglich ca. 200kg/h. Die Drehzahlen in den Kammern 1-4 liegen bei 35 UpM. An Hand der Leistungsaufnahme der Einzelantriebe der Kammern kann registriert werden, dass in der 2. Und 3. Knetkammer wohl eine brockige Konsistenz der Masse vorliegt. In der 4. Knetkammer ist die Leistungsaufnahme ruhiger und höher, hier liegt eine homogene zusammenhängende Masse vor. Kammer 1 - 4 wurden mit 50Upm betrieben. In den Kammern 5 und 6 wird mit 40 UpM nachgeknetet und gleichzeitig erfolgt aus Kammer 6 der Produktaustrag. Die 6 Kammern werden nicht gekühlt und nicht geheizt, die Temperaturen ziehen von ca. 45°C in der 1. Stufe auf ca. 150°C in der 6. Kammer an.

The polymer (120 kg/h) and the structure improver (20 kg/h) were metered into the first chamber and the filler (60 kg/h) was metered into the second chamber. The total throughput was therefore about 200 kg/h. The rotational speeds in the first four chambers were 35 rpm. Recording the power drawn by the individual drives of the chambers showed that the composition had a lumpy consistency in the 2nd and 3rd kneading chambers. In the 4th kneading chamber, the power drawn was steadier and higher: a homogeneous cohesive composition was present here. Chambers 1-4 were operated at 35 rpm. In chambers 5 and 6, further kneading took place at 40 rpm and at the same time the product was discharged from chamber 6. The 6 chambers were not cooled and not heated, and the temperatures ranged from about 45°C. in the 1st chamber to about 150°C. in the 6th chamber.

See also lines 10-20 on page 12 of the original specification.

Ohne Zwischenlagerung wird der Kautschuk einem Bussknetter vom Typ LR100 zugeführt. Da beide Anlagenteile in ihrer Dimensionierung nicht aufeinander abgestimmt sind, mussten der Produktstrom im Verhältnis 120:80 geteilt werden. Hierzu benutzen wir eine Breitschlitzdüse, die den Produktstrom über einen eingeschweißten Steg in den gewünschten Massenstrom teilt. 80kg/h werden ausgeschleust (=Probe 1, **nicht erfindungsgemäß**). Die restlichen 120kg/h Kautschuk werden in den oben erwähnten Bussknetter dosiert und der 2.erfindungsgemäße Verfahrensschritt wird verifiziert.

Without intermediate storage, the raw mixture was conveyed to a model LR100 kneader from "Buss Compounding Systems AG". Since the dimensions of the two parts of the plant were not matched, the product stream had to be divided in a ratio of 120:80. This was carried out using a slit die which divided the product stream into the desired mass flows by means of a welded-in divider. 80 kg/h were discharged (sample 1, not according to the invention). The remaining 120 kg/h of rubber were fed into the above-described kneader 2 and the 2nd process step according to the invention was verified.  
*See also lines 21-28 on page 12 of the original specification.)*

## 2. Stufe: "Bussknetter LR100"

Der uns zur Verfügung stehende Bussknetter vom Typ LR100 gliedert sich in 5 Zonen (Schüsse) mit folgendem Aufbau: 1.Zone 3D, 2.-5.Zone jeweils 4D. Alle Zonen sind über Stauringe voneinander getrennt. Mit Hilfe einer Vakuum-Wasserringpumpe beaufschlagten wir die Zonen 2-5 mit einem Vakuum in Höhe von 100mbar(abs.). Die Temperierung der einzelnen Schüsse und der Welle des Busskneters wählten wir so, daß sich beginnend ab dem 2. Schuss bei einer Wellendrehzahl von 150 UpM eine Produkttemperatur längs des Kneters von ca. 180-200°C einstellte. Der über die Conterna produzierte Kautschuk mit einem Massenstrom von ca. 120kg/h wird in die Zone 1 des Busskneters mit einer Produkttemperatur von ca. 150°C dosiert. In den Zonen 2-5 wird er intensiv geknetet und dabei Flüchtige Bestandteile der Kautschukmasse optimal entfernt. Über eine gekühlte Austragsschnecke wird der Kautschuk ausgetragen und kann als **erfindungsgemäße Probe 2** untersucht werden.

The kneader, Type LR100, was divided into five zones (barrel sections) having the following configuration: 1st zone 3D, 2nd-5th zones each 4D. All zones were separated from one another by orifice plates. A reduced pressure of 100 mbar (abs.) was applied in the second through fifth zones by means of a water-ring vacuum pump. The heating of the individual barrel sections and the shaft of the kneader were chosen such that, commencing from the 2nd zone a product temperature along the kneader of about 180-200°C. was established at a rotational speed of 150 rpm. The raw mixture produced in the Conterna kneading cascade was fed at a product temperature of about 150°C. into the first zone of the kneader. It was intensively kneaded in the second through fifth zones and volatile constituents were thus optimally removed from the rubber composition. The rubber was discharged via a cooled discharge screw and was examined as sample 2 according to the invention.

*See also lines 1-13 on page 13 of the original specification.*

Als Vergleichsbeispiele dienen das Beispiel 1(erfindungsgemäß) und Beispiel 3(nicht erfindungsgemäß=WA9035) in WA9850. Die dort aufgeführten Versuche wurden wiederholt, die Kautschukproben wie folgt bezeichnet: Beispiel 1 = **Probe 3 (nicht erfindungsgemäß)**, Beispiel 3 = **Probe 4 (nicht erfindungsgemäß)**.

### Prüfung der hergestellten Siliconkautschukmassen

-Die Proben 1 - 4 wurden von uns hinsichtlich ihrer **Lagerstabilität** über einen Zeitraum von 3 Monaten beurteilt, also Messungen der Mooney-Viskosität in definierten Zeitintervallen, Beurteilung des Verhaltens auf dem Walzwerk. In der Tabelle ist nur die qualitative Probenbeurteilung nach 3 Monaten aufgeführt.

-Am Rohkautschuk wurde ferner die **Flüchtigkeit** bei 200°C gemessen. Bedingungen: 1g Kautschuk/4h/200°C, Angabe in %Flüchtige.

Example 1 (inventive) and Example 3 (not inventive, as in WA 9035) serve as comparative examples. The research was repeated, the rubber samples identified as follows: Example 1 = sample 3 (not inventive), Example 3 = sample 4 (not inventive).

### Testing of the thusly prepared silicone caulking compositions

The storage stability of the samples 1-4 was assessed over a period of 3 months, i.e. measurement of the Mooney viscosity at defined time intervals, and assessment of the behavior on a roll mill. The table shows only the qualitative assessment of the samples after 3 months. In addition, the volatiles content of the unvulcanized rubber was measured at 200°C. Conditions: 1 g of rubber/4 h/200°C., reported in % of volatile constituents.

See also lines 10-15 on page 14 of the original specification.

Der Kautschuk wurde

- a)-mit 0,7%Dicumylperoxid(=Vernetzer C1) 15 Minuten bei 165°C und
  - b)-mit 1,5%Dichlorobenzoylperoxide(50%ig)(=Vernetzer E) 10 Minuten bei 135°C
- in einer beheizten Presse zwischen Platten vulkanisiert. Die Vulkanisate anschließend im Umlufschrank 4h bei 200°C getempert, danach das Aussehen dieser Vulkanisate beurteilt, also den Grad der **Verfärbung**.  
1= nicht verfärbt, 4=stark verfärbt

The rubber was vulcanized

- a) by means of 0.7% of dicumyl peroxide (crosslinker 1) for 15 minutes at 165°C.,
  - or
  - b) by means of 1.5% of di(2,4-dichlorobenzoyl) peroxide (50% pure) (crosslinker 2) for 10 minutes at 135°C.
- between plates in a heatable press. The vulcanizates were subsequently heated at 200°C. for 4 hours in a convection oven, and the appearance of these vulcanizates, i.e. the degree of discoloration, was then assessed.  
1=not discolored, 4=strongly discolored  
See also lines 16-25 on page 14 of the original specification.

Probe	Lagerstabilität	Flüchtigkeit	Verfärbung Vern. E	Vulkanisate Vern. C1	Sample	Storage Stability	Volatiles	Discoloration of the Vulcanizates	
1	mittel	1,9%	3	4				Crosslinker E	Crosslinker C1
2	gut	0,5%	1	1 - 2	1	average	1.9%	3	4
3	gut	1,4%	1 - 2	2 - 3	2	good	0.5%	1	1-2
4	schlecht	1,3%	1 - 2	2 - 3	1	good	1.4%	1-2	2-3
					4	poor	1.3%	1-2	2-3

See also lines 1-6 on page 15 of the original specification.